RZECZPOSPOLITA POLSKA

Urząd Patentowy Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **232405**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **413283**

(22) Data zgłoszenia: **27.07.2015**

(51) Int.Cl.
B22F 1/00 (2006.01)
C22C 33/02 (2006.01)
B22F 9/04 (2006.01)

(54) **Proszek stopowy na bazie żelaza, sposób jego wytwarzania i zastosowanie**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
30.01.2017 BUP 03/17

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
28.06.2019 WUP 06/19

(73) Uprawniony z patentu:
AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE, Kraków, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:
JANUSZ KONSTANTY, Kraków, PL
KRYSTYNA WIECZOREK-CIUROWA, Kraków, PL
ANDRZEJ ROMAŃSKI, Kraków, PL
TEODORA SIKORA, Kraków, PL

PL 232405 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest proszek stopowy na bazie żelaza, sposób jego wytwarzania i zastosowanie.

Wynalazek dotyczy w szczególności tzw. „proszków łatwospiekalnych", które to pojęcie w rozumieniu niniejszego zgłoszenia oznacza proszek, który po uformowaniu na zimno pod ciśnieniem 100–400 MPa oraz swobodnym spiekaniu (pod ciśnieniem atmosferycznym) w atmosferze redukującej, przez czas nie dłuższy niż 60 minut w temperaturze nie wyższej niż 950°C, umożliwia uzyskanie spieków o porowatości całkowitej niższej niż 5% obj.

Czynnikami nadającymi proszkom łatwospiekalny charakter są:

- drobnokrystaliczna struktura cząstek proszku, w której polikrystaliczne cząstki proszku złożone są z ziaren o przeciętnej wielkości około 2 μm lub mniejszej,
- dwu- lub wielofazowa struktura w temperaturze spiekania, która powstrzymując rozrost ziarna zapewnia drobnokrystaliczną strukturę materiału podczas spiekania,
- obecność fazy ciekłej podczas spiekania.

Niskostopowe proszki żelaza, zawierające co najmniej 90% mas. Fe i spiekane bez udziału fazy ciekłej, umożliwiają uzyskanie spieków o porowatości całkowitej niższej niż 5% obj., przy zachowaniu drobnoziarnistej mikrostruktury materiału. Dwufazową mikrostrukturę materiału w temperaturze spiekania, złożoną z ferrytu i austenitu, zapewnia skład chemiczny stopu. Pierwiastki stabilizujące ferryt np. P, W, Mo, Co, oraz austenit np. Cu, Ni, wykorzystuje się w ilości i proporcjach określonych przy użyciu technik eksperymentalnych (np. wysokotemperaturowej rentgenowskiej analizy fazowej) lub analitycznych (np. oprogramowania ThermoCalc®) w taki sposób, aby w jak najszerszym zakresie temperatury spiekania stosunek udziałów objętościowych ferrytu do austenitu mieścił się w zakresie od 2/5 do 3/5. Ponadto, wzrost zawartości fosforu w proszku przyczynia się do wzrostu twardości spieku w wyniku silnego umocnienia roztworowego stopu.

Materiały spiekane z udziałem fazy ciekłej charakteryzują się wyższą zawartością pierwiastków stopowych, takich jak Cu i Sn, które w temperaturze spiekania mają zapewniać ciągłą obecność fazy ciekłej w ilości wystarczającej do uzyskania spieków o porowatości całkowitej niższej niż 5% obj. Spiekanie z udziałem fazy ciekłej wyżej stopowych proszków żelaza, zawierających co najmniej 10% mas. pierwiastków stopowych, utrudnia zachowanie wyjściowej, drobnoziarnistej mikrostruktury proszku, zwiększa jednak jego przydatność do zastosowań, w których podczas spiekania wymagane jest uzyskanie trwałego połączenia spieku z innym elementem.

Łatwospiekalne proszki na bazie żelaza znajdują zastosowanie do wytwarzania spiekanych wyrobów konstrukcyjnych oraz narzędziowych, w szczególności do produkcji kompozytowych spieków metaliczno-diamentowych otrzymywanych na drodze swobodnego spiekania, ale także metodą spiekania pod ciśnieniem. Dotychczas najczęściej stosowanym materiałem w tego typu zastosowaniach był kobalt, wysokostopowe proszki na bazie żelaza dostępne na rynku pod nazwami Cobalite CNF® (Umicore, Belgia) i Next 400® (Eurotungstene, Francja), oraz ich mieszanki ze stopowymi proszkami brązów cynowych, żelaza, niklu i węglika wolframu (np. MX4885, MX4380, MX4590, MX4940 itp.). Proszek Cobalite CNF® jest opisany w publikacji B-J. Kamphuis, B. Serneels: „Cobalt and nickel free bond powder for diamond tools: Cobalite CNF", Industrial Diamond Review, No. 1, 2004, str. 26–32. Wymienione surowce, z uwagi na wysoką zawartość kosztownych pierwiastków stopowych oraz zastosowanie chemicznych metod wytwarzania, są drogie w produkcji. Stwarzają też poważne zagrożenie dla zdrowia osób narażonych na długotrwałą ekspozycję na drobnoziarniste proszki zawierające kobalt i/lub nikiel, polegające na częstym występowaniu pylicy kobaltowej (*cobalt lung*), olbrzymiokomórkowego śródmiąższowego zapalenia płuc (*giant cell interstitial pneumonia*), chorób skórnych o podłożu alergicznym oraz nowotworowych. Wspomniane czynniki kosztowe i środowiskowe spowodowały rosnącą tendencję do obniżania zawartości pierwiastków stopowych, zwłaszcza kobaltu, w łatwospiekalnych proszkach stopowych na bazie żelaza, przy zachowaniu ich wymaganych właściwości technologicznych i użytkowych. Badania w tym zakresie prowadzono dotychczas w celu poszukiwania zamienników kobaltu, czyli zastępowania go innymi pierwiastkami stopowymi, w rezultacie czego łączna zawartość pierwiastków stopowych pozostawała nadal stosunkowo wysoka, np. we wspomnianych proszkach Next 400® i Cobalite CNF® łączna zawartość pierwiastków stopowych wynosi odpowiednio 50% mas. i 31,6% mas.

Również niezadowalające ze względów kosztowych i środowiskowych okazały się znane dotychczas metody wytwarzania drobnoziarnistych, zwłaszcza łatwospiekalnych proszków stopowych na

bazie żelaza, wykorzystujące technologię współstrącania wodorotlenków lub szczawianów metali z wodnych roztworów soli, które po odfiltrowaniu i prażeniu są poddawane redukcji wodorem. Tego rodzaju metody są znane np. z opisów patentowych US 6,554,885 B1, US 6,613,122 B1, US 6, 312,497 B1, US 7,077,883 B2, EP 0 865 511 B1 i EP 1 492 897 B1. Wadą znanych metod opartych na współstrącaniu wodorotlenków lub soli jest zarówno ich wysoki koszt, jak też problemy z utylizacją nieuniknionych w tych procesach, szkodliwych dla środowiska odpadów.

Zadaniem wynalazku jest opracowanie łatwospiekalnych stopowych proszków na bazie żelaza, które nie wykazują występujących w stanie techniki niedogodności wynikających z wysokiej zawartości pierwiastków stopowych. Są zatem bardziej przyjazne dla środowiska, tańsze i łatwiejsze do wytwarzania, przy równoczesnym zachowaniu bardzo dobrych właściwości zarówno technologicznych, jak też użytkowych. Zadaniem wynalazku jest także zaproponowanie sposobu wytwarzania łatwospiekalnych stopowych proszków na bazie żelaza, który to sposób eliminuje niedogodności występujące w stanie techniki, jest mianowicie przyjazny dla środowiska, tańszy w realizacji i wykazuje elastyczność, umożliwiającą lepsze dopasowanie właściwości otrzymywanego proszku do konkretnego przeznaczenia.

Proszek stopowy na bazie żelaza, zawierający co najmniej 80% mas. Fe, dodatki stopowe w postaci Cu i P oraz nieuniknione zanieczyszczenia, zwłaszcza trudnoredukowalne tlenki, według wynalazku charakteryzuje się tym, że zawiera co najmniej 90% mas. Fe, 1–9,8% mas. Cu oraz 0,2–2% mas. P.

Korzystnie, proszek stopowy zawiera co najmniej jeden pierwiastek stopowy wybrany z grupy obejmującej Sn, Co, Ni, W i Mo.

Korzystnie, proszek stopowy zawiera 0,5–4% mas. Sn.

Korzystnie, łączna zawartość Co i/lub Ni i/lub W i/lub Mo jest nie większa niż 5% mas.

Korzystnie, średnia wielkość cząstek proszku jest nie większa niż 10 μm.

Korzystnie, przeciętna wielkość ziaren tworzących polikrystaliczne cząstki proszku jest nie większa niż 2 μm.

Sposób wytwarzania proszku stopowego na bazie żelaza, według wynalazku charakteryzuje się tym, że materiał redukowalny w postaci tlenków, węglanów, azotanów, metali i stopów metali oraz ich mieszanek, redukowalnych wodorem o czystości technicznej w temperaturze nie wyższej niż 750°C, poddaje się obróbce mechanicznej przez mielenie, obejmujące rozdrabnianie, ujednorodnianie i aktywację materiału redukowalnego, następnie wyżarza się go w temperaturze 550–750°C przez czas wynoszący 1–8 godzin w atmosferze redukującej, którą stanowi wodór lub mieszanka gazów zawierająca wodór, po czym chłodzi się go do temperatury uniemożliwiającej jego samoczynny zapłon i wreszcie rozdrabnia na proszek o zadanej średniej wielkości cząstek.

Korzystnie, obróbkę mechaniczną materiału redukowalnego prowadzi się na sucho lub na mokro.

Korzystnie, po obróbce mechanicznej na mokro przeprowadza się suszenie.

Proszek stopowy na bazie żelaza, według wynalazku jak opisano powyżej, stosuje się do wytwarzania spieków konstrukcyjnych i narzędziowych, zwłaszcza kompozytowych spieków metaliczno-diamentowych.

Z opisanego powyżej proszku stopowego na bazie żelaza można otrzymać wyrób spiekany, zwłaszcza kompozytowy spiek metaliczno-diamentowy, którego całkowita porowatość w temperaturze nie wyższej niż 950°C jest niższa niż 5%.

Wynalazek pozwala zatem wytwarzać w nieoczekiwanie prosty i tani sposób łatwospiekalne stopowe proszki na bazie żelaza, zawierające co najmniej 90% mas. żelaza, miedź, fosfor oraz opcjonalnie co najmniej jeden z grupy pierwiastków stopowych obejmującej cynę, kobalt, nikiel, wolfram i molibden, a także zanieczyszczenia, głównie w postaci trudnoredukowalnych tlenków, np. SiO_2. Sumaryczna zawartość dodatków stopowych oraz zanieczyszczeń w proszkach wytwarzanych według wynalazku nie przekracza 10% mas., przy czym proszki, w których minimalna zawartość dodatków stopowych wynosi 10% mas. są przeznaczone do zastosowań, w których podczas spiekania wymagane jest uzyskanie trwałego połączenia spieku z innym elementem lub elementami, wykonanymi z żelaza lub jego stopów, na przykład przez lutowanie.

Łatwospiekalny proszek na bazie żelaza według wynalazku, przy zachowaniu właściwości zbliżonych do znanych proszków tego rodzaju, ma w porównaniu do nich szereg zalet ekonomicznych, środowiskowych i technologicznych, takich jak:

- bardzo niska, ograniczona do 10% mas., łączna zawartość pierwiastków stopowych i zanieczyszczeń,

- bardzo niska, ograniczona do 5% mas., łączna zawartość drogich, deficytowych i/lub szkodliwych dla zdrowia pierwiastków stopowych, takich jak Co, Ni, W, Mo, metale ziem rzadkich, itp.,
- możliwość wytwarzania spieków o twardości wyższej niż 200 HV,
- możliwość obróbki cieplnej spieków i dalszy wzrost twardości powyżej 300 HV,
- możliwość wytwarzania przy użyciu metod mechanochemicznych.

Sposób wytwarzania nowych proszków stopowych na bazie żelaza eliminuje kosztowną, chemiczną metodę otrzymywania trudnorozpuszczalnych w wodzie mieszanek wodorotlenków, szczawianów lub innych związków metali, w której powstają szkodliwe dla środowiska naturalnego odpady (sole) wymagające utylizacji, i ich późniejszy termiczny rozkład do tlenków. Zostaje ona zastąpiona tańszą, mechanochemiczną syntezą tlenków, która w porównaniu z metodą chemiczną daje większą swobodę w doborze składu chemicznego proszku. Synteza mechanochemiczna jest procesem indukującym reakcje chemiczne poprzedzone rozdrobnieniem i aktywacją mechaniczną substratów, co pozwala otrzymywać nowe materiały charakteryzujące się niskim stopniem niejednorodności chemicznej i strukturalnej, drobnoziarnistą mikrostrukturą i najczęściej pożądanym, złożonym składem fazowym. W sposobie według wynalazku przygotowuje się zatem materiał redukowalny, który poddaje się obróbce mechanicznej przez mielenie, w wyniku którego zachodzi rozdrabnianie, homogenizacja i aktywacja materiału redukowalnego. Otrzymany w ten sposób rozdrobniony, ujednorodniony i zaktywowany przez mielenie materiał redukowalny wyżarza się następnie w atmosferze redukującej, po czym chłodzi się go do temperatury uniemożliwiającej samoczynny zapłon materiału. Na koniec wyżarzony i oziębiony materiał rozdrabnia na proszek o zadanej średniej wielkości cząstek. Zastosowanie procesów mechanochemicznych, poprzez mielenie reagentów w młynach kulowych, upraszcza procedury syntez i eliminuje konieczność kosztownej utylizacji odpadów, co w konsekwencji znacznie poprawia ekologię wytwarzania materiałów funkcjonalnych o właściwościach użytkowych, spełniając tym samym zasady tzw. „zielonej chemii".

Sposób według wynalazku w porównaniu do tradycyjnej metody współstrącania wodorotlenków lub szczawianów ma następujące zalety:

- ekologiczność,
- niższe koszty materiałowe i sprzętowe,
- możliwość elastycznego doboru składu chemicznego proszków pozwalająca bezpośrednio wpływać na właściwości produktu finalnego,
- skrócenie czasu mielenia dzięki możliwości zastosowania młyna o wyższej energetyczności.

Proszki produkowane z wykorzystaniem metod mechanochemicznej syntezy tlenków pozbawione są wad, które obciążają proszki komercyjne, przy zachowaniu zbliżonych do nich właściwości technologicznych. Z tego względu przedstawiony wynalazek ma olbrzymi potencjał aplikacyjny.

Przedmiot wynalazku jest poniżej opisany w przykładach wykonania i przedstawiony na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia zdjęcie ze skaningowego mikroskopu elektronowego, obrazujące strukturę rozdrobnionej na proszek gąbki metalicznej uzyskanej w przykładzie 1, fig. 2 – wykres uzyskany metodą rentgenowskiej analizy fazowej, ilustrujący stopowy charakter proszku według przykładu 1, fig. 3 – zdjęcie ze skaningowego mikroskopu elektronowego, przedstawiające strukturę rozdrobnionej na proszek gąbki metalicznej według przykładu 3, fig. 4 – zdjęcie ze skaningowego mikroskopu elektronowego, przedstawiające strukturę rozdrobnionej na proszek gąbki metalicznej według przykładu 5, fig. 5 – wykres uzyskany metodą rentgenowskiej analizy fazowej, ilustrujący stopowy charakter proszku według przykładu 5 i fig. 6 – zdjęcie ze świetlnego mikroskopu metalograficznego, przedstawiające połączenie spieku według przykładu 7 ze stalową podkładką.

P r z y k ł a d 1

Mieszankę proszków zawierającą 92,86 g Fe_2O_3, 3,57 g CuO oraz 3,57 g stopowego proszku Fe-P, zawierającego 10% mas. fosforu, przygotowano mieszając składniki w mieszalniku typu Turbula przez 10 minut. Proszki umieszczono wraz z mielnikami w bębnie rolkowego młyna kulowego o objętości 1,25 dm^3. Jako mielników użyto kulek o średnicy 12 mm, wykonanych ze stali łożyskowej 100Cr6. Stopień wypełnienia młyna wynosił 50% obj., a stosunek masy mielników do masy proszku wynosił 20:1. Do bębna wlano alkohol etylowy w ilości niezbędnej do całkowitego zanurzenia mielników z proszkiem w cieczy. Bęben wprawiono w ruch obrotowy z prędkością wynoszącą 65% prędkości krytycznej. Po mieleniu przez 72 godziny wsad młyna poddano suszeniu w suszarce laboratoryjnej w temperaturze 130°C. Proszek poddano następnie wyżarzaniu redukującemu przez 180 minut w temperaturze 700°C, w atmosferze wodoru, i schłodzono w celu uniknięcia samozapłonu do tempe-

ratury poniżej 30°C. Otrzymaną w ten sposób metaliczną gąbkę rozdrobniono na proszek (fig. 1) o nominalnej zawartości 95,5% mas. Fe, 4% mas. Cu i 0,5% mas. P, stracie wodorowej (określonej zgodnie z PN-EN ISO 4491-3:2006) 1,1% mas. oraz średnicy zastępczej Fishera 1,3 μm, poprzez ucieranie gąbki w ceramicznym moździerzu. Stopowy charakter proszku zweryfikowano metodą rentgenowskiej analizy fazowej (fig. 2).

Przykład 2

5-gramowe odważki proszku otrzymanego zgodnie z procedurą opisaną w przykładzie 1 prasowano na zimno pod ciśnieniem 200 MPa, w matrycy z węglików spiekanych z otworem o wymiarach 15,5×15,5 mm. Gęstość wyprasek określono metodą geometryczną (tabela 1).

Wypraski spiekano w laboratoryjnym piecu rurowym przez 60 minut w temperaturze 890, 900, 910, 920 i 925°C, w atmosferze wodoru. Podczas dogrzewania do temperatury spiekania zastosowano przystanek w temperaturze 700°C, trwający 60 minut. Po spiekaniu próbki chłodzono wraz z piecem do temperatury pokojowej.

Spieki poddano pomiarom gęstości metodą ważenia w powietrzu i w wodzie (tabela 1).

Tabela 1

Gęstość wypraski [g/cm³]	Temperatura spiekania [°C]	Gęstość spieku [g/cm³]
4,53	890	7,53
4,52	900	7,69
4,50	910	7,66
4,52	920	7,65
4,50	925	7,57

Przykład 3

Mieszankę proszków zawierającą 92,86 g Fe_2O_3, 3,57 g CuO oraz 3,57 g stopowego proszku Fe-P, zawierającego 10% mas. fosforu, przygotowano mieszając składniki w mieszalniku typu Turbula przez 10 minut. Proszki umieszczono wraz z mielnikami w bębnie rolkowego młyna kulowego o objętości 1,25 dm^3. Jako mielników użyto kulek o średnicy 12 mm, wykonanych ze stali łożyskowej 100Cr6. Stopień wypełnienia młyna wynosił 50% obj., a stosunek masy mielników do masy proszku wynosił 20:1. Do bębna wlano wodę destylowaną w ilości niezbędnej do całkowitego zanurzenia mielników z proszkiem w cieczy. Bęben wprawiono w ruch obrotowy z prędkością wynoszącą 65% prędkości krytycznej. Po mieleniu przez 24 godziny wsad młyna poddano suszeniu w suszarce laboratoryjnej w temperaturze 130°C. Proszek poddano następnie wyżarzaniu redukującemu przez 180 minut w temperaturze 700°C, w atmosferze wodoru. Po schłodzeniu do temperatury poniżej 30°C w celu uniknięcia samozapłonu, otrzymaną metaliczną gąbkę rozdrobniono na proszek (fig. 3) o nominalnej zawartości 95,5% mas. Fe, 4% mas. Cu i 0,5% mas. P, stracie wodorowej 1,2% mas. oraz średnicy zastępczej Fishera 2,15 μm, poprzez ucieranie w ceramicznym moździerzu.

Przykład 4

5-gramowe odważki proszku otrzymanego zgodnie z procedurą opisaną w przykładzie 3 prasowano na zimno pod ciśnieniem 200 MPa, w matrycy z węglików spiekanych z otworem o wymiarach 15,5×15,5 mm. Gęstość wyprasek określono metodą geometryczną (tabela 2).

Wypraski spiekano w laboratoryjnym piecu rurowym przez 60 minut w temperaturze 900°C, w atmosferze wodoru. Podczas dogrzewania do temperatury spiekania zastosowano przystanek w temperaturze 700°C, trwający 60 minut. Po spiekaniu próbki chłodzono wraz z piecem do temperatury pokojowej. Spieki poddano pomiarom gęstości, metodą ważenia w powietrzu i w wodzie (tabela 2).

Wybrane spieki przesycano poprzez ponowne nagrzanie do temperatury 900°C, wytrzymanie przez 30 minut w atmosferze azotu oraz szybkie chłodzenie w wodzie, a następnie starzono przez 60 minut w temperaturze 400, 450, 475, 500, 550 i 600°C. Spieki poddano pomiarom twardości metodą Vickersa pod obciążeniem 1 kG (tabela 2).

Tabela 2

Gęstość wypraski [g/cm³]	Gęstość spieku [g/cm³]	Wariant obróbki cieplnej	HV1 (1)
4,63	7,74	bez obróbki cieplnej	212 ± 5
4,63	7,74	przesycanie	209 ± 7
4,65	7,71	przesycanie i starzenie w 400°C	228 ± 7
4,66	7,72	przesycanie i starzenie w 450°C	297 ± 10
4,64	7,72	przesycanie i starzenie w 475°C	312 ± 8
4,65	7,71	przesycanie i starzenie w 500°C	304 ± 8
4,64	7,72	przesycanie i starzenie w 550°C	286 ± 6
4,66	7,72	przesycanie i starzenie w 600°C	240 ± 11

(1) przedziały ufności oszacowano dla poziomu ufności 1-α=0,9

Przykład 5

W stalowym reaktorze laboratoryjnego planetarnego młyna kulowego (Activator 2S, Novosibirsk Corp.) o objętości 0,25 dm³, wypełnionym stalowymi kulami o średnicy 10 mm i łącznej masie 100 g, umieszczono 10 g suchej mieszanki proszków zawierającej 8,82 g Fe_2O_3, 0,68 g CuO, 0,36 g stopowego proszku Fe-P, zawierającego 10% mas. fosforu, oraz 0,14 g Sn. Zawartość reaktora poddano wysokoenergetycznemu mieleniu przez 2 godziny z prędkością obrotową 700 obr./min w atmosferze powietrza. W trakcie procesu mielenia reaktor był poddawany stałemu chłodzeniu wodą. W ten sposób otrzymano złożony proszek tlenkowy o zmodyfikowanej krystalicznej mikrostrukturze, cechujący się wysoką podatnością na redukcję w wodorze.

Proszek poddano następnie wyżarzaniu redukującemu przez 180 minut w temperaturze 700°C, w atmosferze wodoru, po czym schłodzono do temperatury poniżej 30°C w celu uniknięcia samozapłonu. Otrzymaną w ten sposób metaliczną gąbkę rozdrobniono na proszek (fig. 4) o nominalnej zawartości 90% mas. Fe, 7,5% mas. Cu, 2% mas. Sn i 0,5% mas. P, stracie wodorowej 0,6% mas. oraz średnicy zastępczej Fishera 8 μm, poprzez ucieranie gąbki w ceramicznym moździerzu. Stopowy charakter proszku zweryfikowano metodą rentgenowskiej analizy fazowej (fig. 5).

Przykład 6

5-gramowe odważki proszku otrzymanego zgodnie z procedurą opisaną w przykładzie 5 prasowano na zimno pod ciśnieniem 200 MPa, w matrycy z węglików spiekanych z otworem o wymiarach 15,5×15,5 mm. Gęstość wyprasek określono metodą geometryczną (tabela 3).

Wypraski spiekano w laboratoryjnym piecu rurowym przez 60 minut w temperaturze 900°C, w atmosferze wodoru. Podczas dogrzewania do temperatury spiekania zastosowano przystanek trwa-

jący 60 minut w temperaturze 700°C. Po spiekaniu próbki chłodzono wraz z piecem do temperatury pokojowej. Spieki poddano pomiarom gęstości metodą ważenia w powietrzu i w wodzie, oraz pomiarom twardości metodą Vickersa pod obciążeniem 1 kG (tabela 3).

Tabela 3

Gęstość wyprasek [g/cm³]	Gęstość spieków [g/cm³]	HV1 (1)
4,57	7,94	230 ± 8

(1) przedziały ufności oszacowano dla poziomu ufności 1-α=0,9

Przykład 7

5-gramowe odważki proszku otrzymanego zgodnie z procedurą opisaną w przykładzie 5 prasowano na zimno pod ciśnieniem 200 MPa, w matrycy z węglików spiekanych z otworem o wymiarach 15,5×15,5 mm. Wypraski umieszczono na podkładkach wykonanych z niskowęglowej, stali niestopowej oraz spiekano w laboratoryjnym piecu rurowym przez 60 minut w temperaturze 900°C, w atmosferze wodoru. Podczas dogrzewania do temperatury spiekania zastosowano przystanek w temperaturze 700°C, trwający 60 minut. Po spiekaniu próbki chłodzono wraz z piecem do temperatury pokojowej. Po spiekaniu wykonano zgłady metalograficzne w celu dokonania jakościowej oceny połączenia spieku ze stalową podkładką. Do analizy użyto mikroskopu świetlnego (fig. 6).

Zastrzeżenia patentowe

1. Proszek stopowy na bazie żelaza, zawierający co najmniej 80% mas. Fe, dodatki stopowe w postaci Cu i P oraz nieuniknione zanieczyszczenia, zwłaszcza trudnoredukowalne tlenki, **znamienny tym**, że zawiera co najmniej 90% mas. Fe, 1–9,8% mas. Cu oraz 0,2–2% mas. P.
2. Proszek stopowy według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera co najmniej jeden pierwiastek stopowy wybrany z grupy obejmującej Sn, Co, Ni, W i Mo.
3. Proszek stopowy według zastrz. 2, **znamienny tym**, że zawiera 0,5–4% mas. Sn.
4. Proszek stopowy na bazie żelaza według jednego z poprzednich zastrz., **znamienny tym**, że łączna zawartość Co i/lub Ni i/lub W i/lub Mo jest nie większa niż 5% mas.
5. Proszek stopowy na bazie żelaza według jednego z poprzednich zastrz., **znamienny tym**, że średnia wielkość cząstek proszku jest nie większa niż 10 μm.
6. Proszek stopowy na bazie żelaza według jednego z poprzednich zastrz., **znamienny tym**, że przeciętna wielkość ziaren tworzących polikrystaliczne cząstki proszku jest nie większa niż 2 μm.
7. Sposób wytwarzania proszku stopowego na bazie żelaza, **znamienny tym**, że materiał redukowalny w postaci tlenków, węglanów, azotanów, metali i stopów metali oraz ich mieszanek, redukowalnych wodorem o czystości technicznej w temperaturze nie wyższej niż 750°C, poddaje się obróbce mechanicznej przez mielenie, obejmujące rozdrabnianie, ujednorodnianie i aktywację materiału redukowalnego, następnie wyżarza się go w temperaturze 550–750°C przez czas wynoszący 1–8 godzin w atmosferze redukującej, którą stanowi wodór lub mieszanka gazów zawierająca wodór, po czym chłodzi się go do temperatury uniemożliwiającej jego samoczynny zapłon i wreszcie rozdrabnia na proszek o zadanej średniej wielkości cząstek.
8. Sposób według jednego z poprzednich zastrz., **znamienny tym**, że obróbkę mechaniczną materiału redukowalnego prowadzi się na sucho lub na mokro.
9. Sposób według zastrz. 8, **znamienny tym**, że po obróbce mechanicznej na mokro przeprowadza się suszenie.
10. Zastosowanie proszku stopowego na bazie żelaza określonego w zastrz. 1 do 6 do wytwarzania spieków konstrukcyjnych i narzędziowych, zwłaszcza kompozytowych spieków metaliczno-diamentowych.

Rysunki

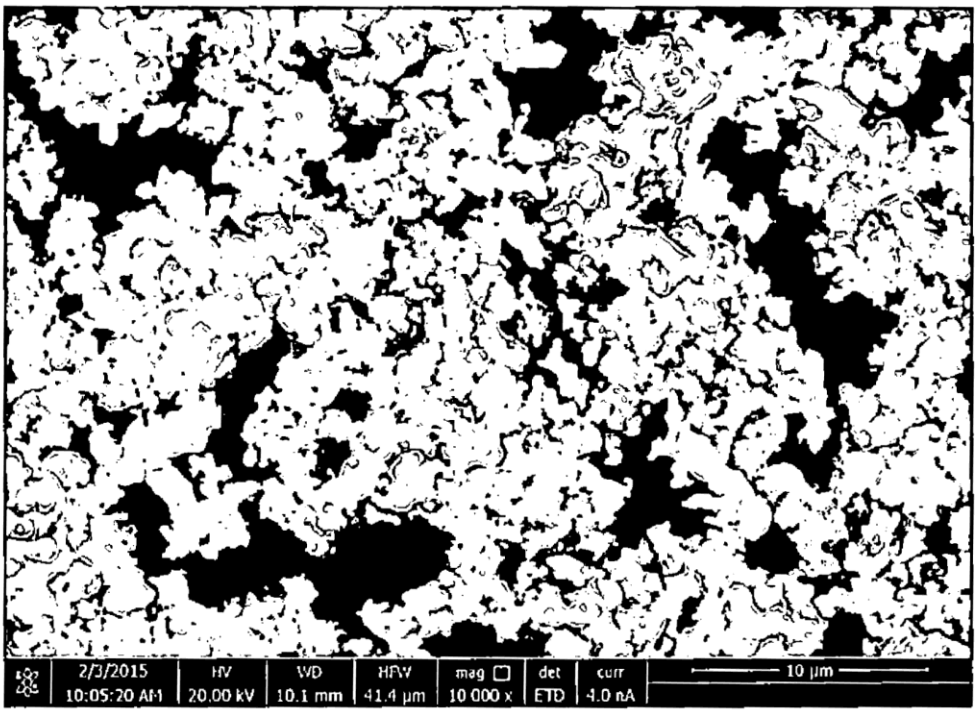

Fig. 1

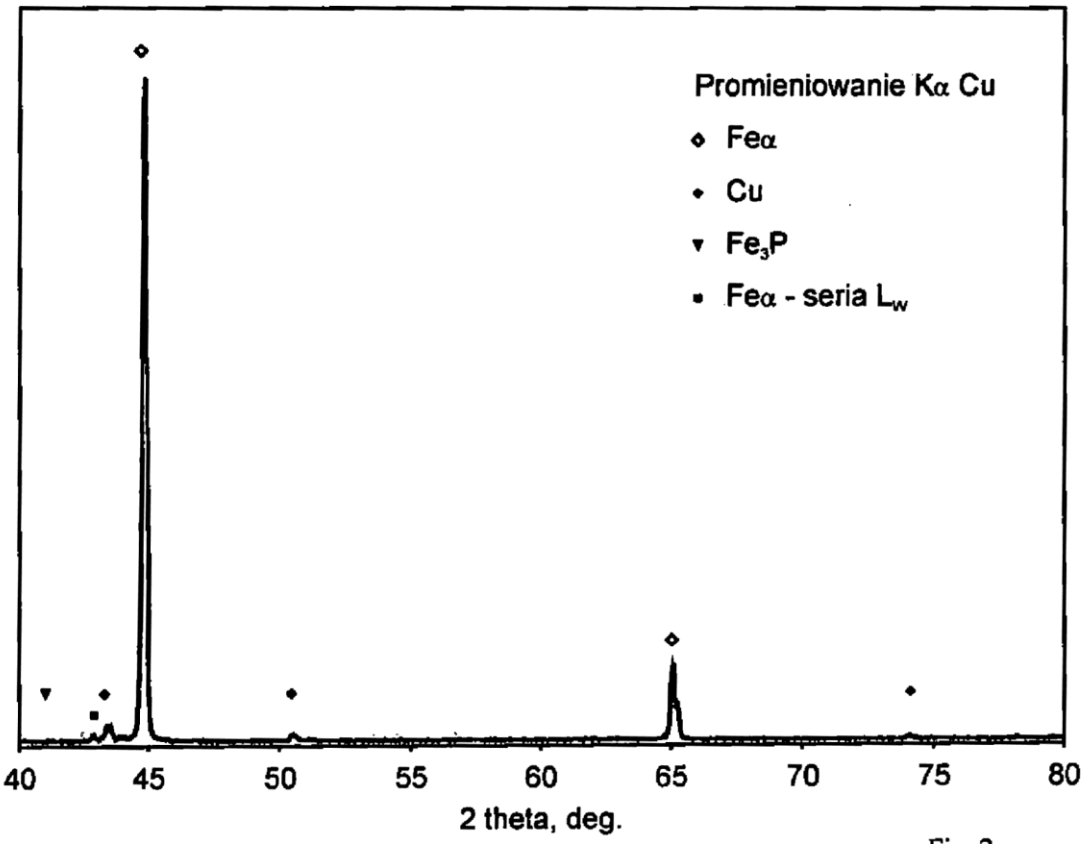

Fig. 2

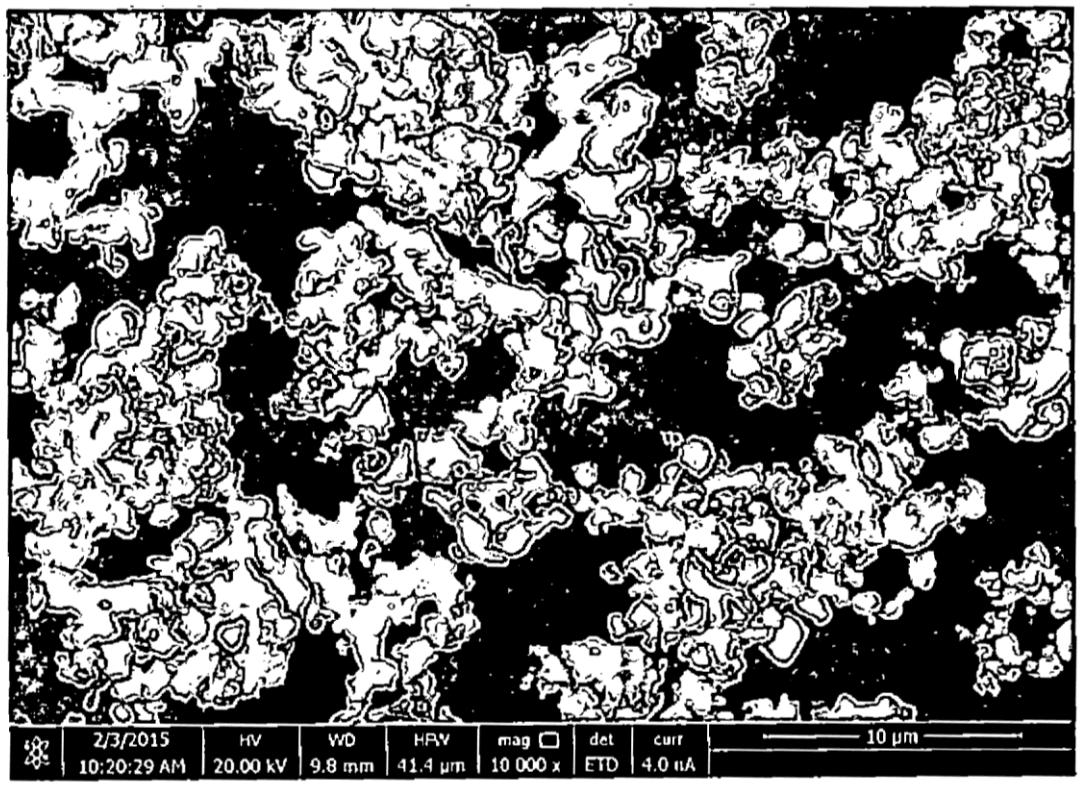
2/3/2015
10:20:29 AM
HV
20.00 kV
WD
9.8 mm
HFW
41.4 µm
mag
10 000 x
det
ETD
curr
4.0 nA
10 µm

Fig. 3

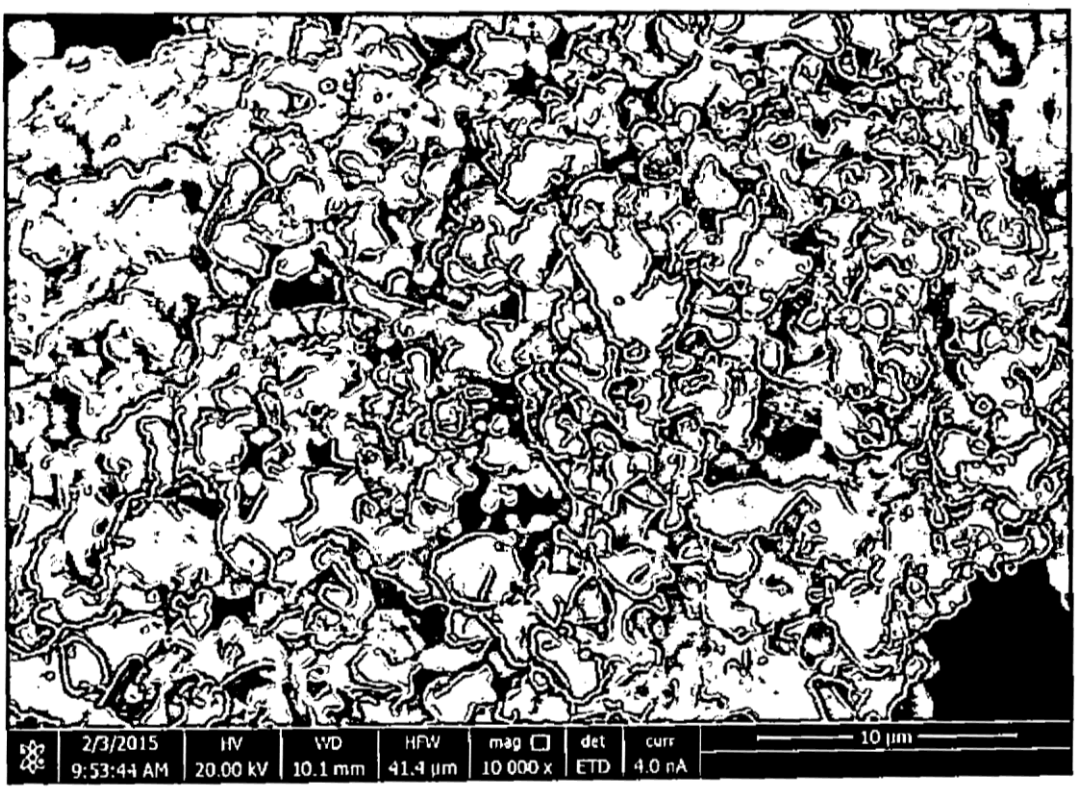
2/3/2015
9:53:44 AM
HV
20.00 kV
WD
10.1 mm
HFW
41.4 µm
mag
10 000 x
det
ETD
curr
4.0 nA
10 µm

Fig. 4

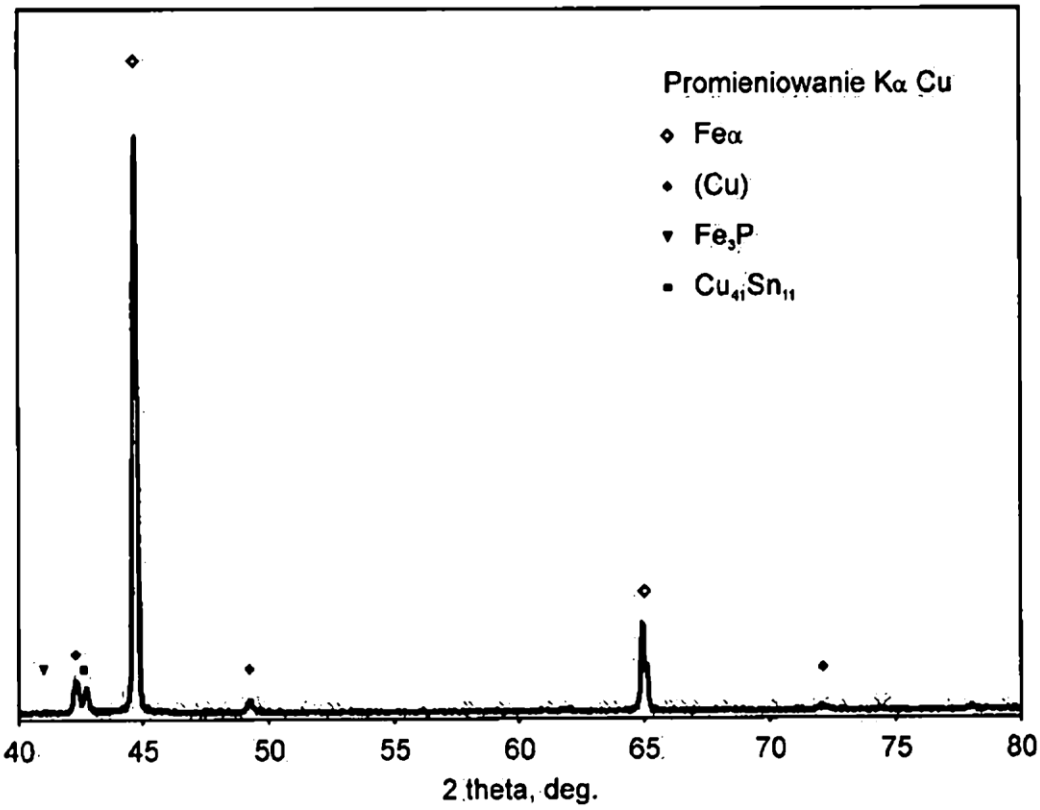

Fig. 5

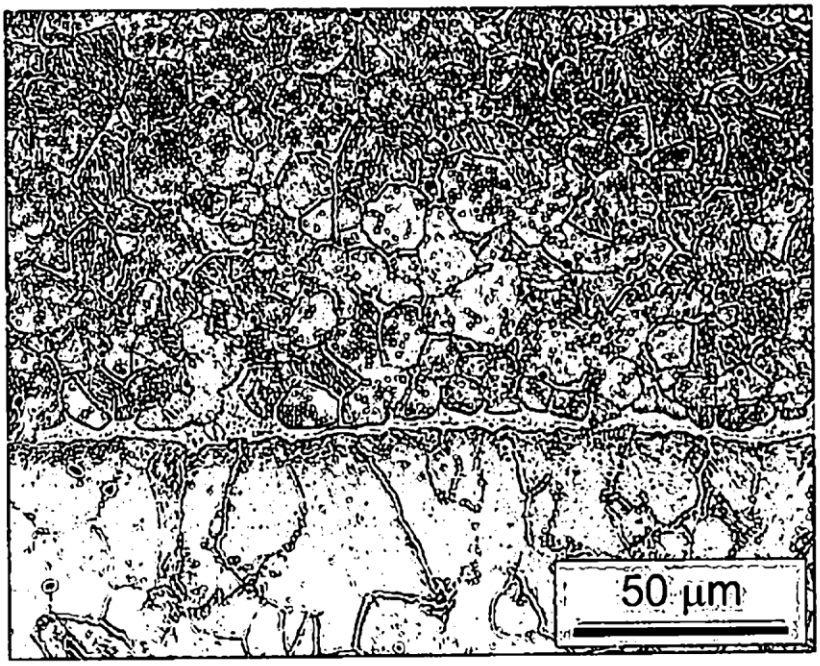

Fig. 6

Departament Wydawnictw UPRP
Cena 2,46 zł (w tym 23% VAT)